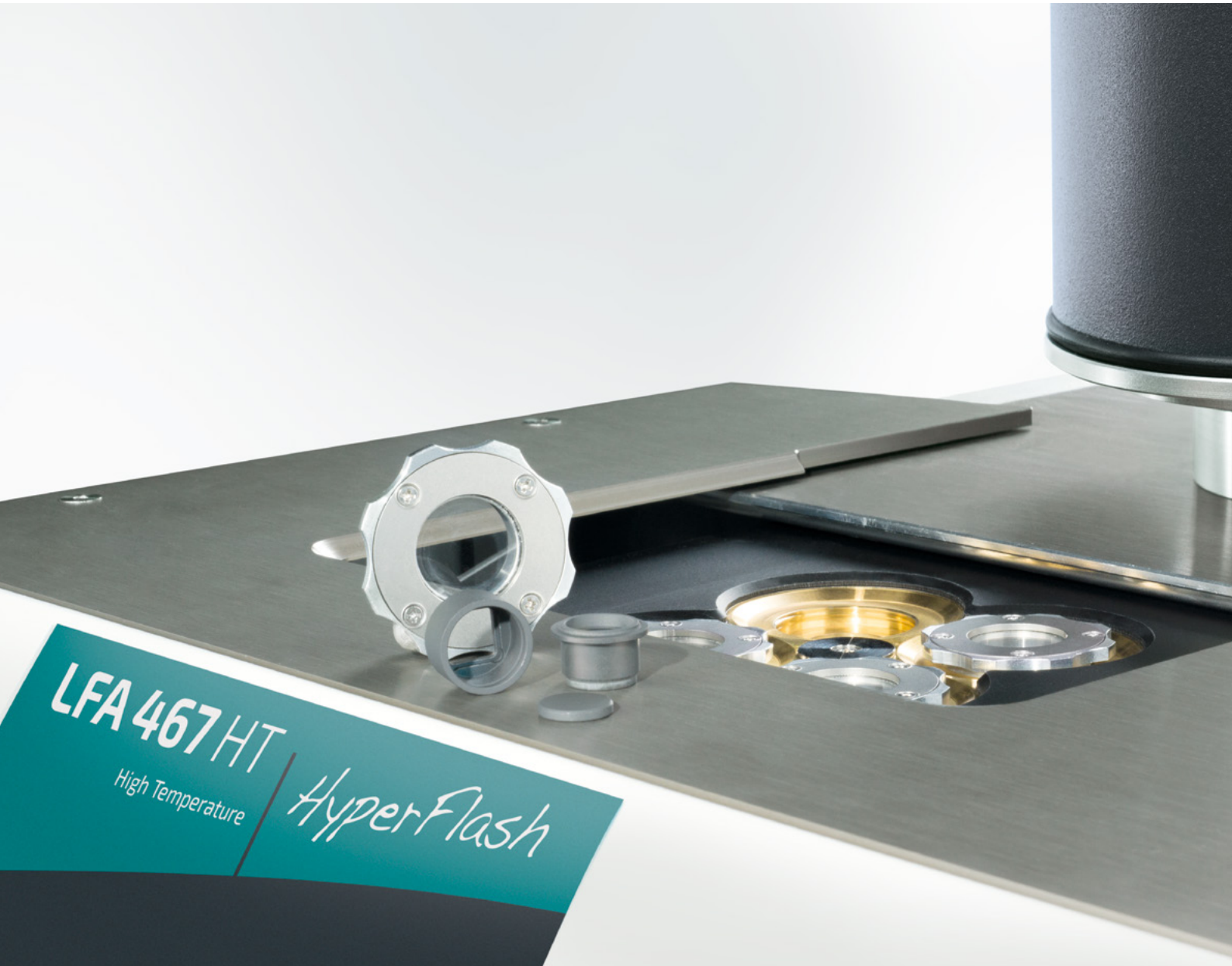


NETZSCH



闪射法导热仪

LFA 467 HyperFlash® 系列

热扩散系数与导热系数的测量方法，技术，应用

激光闪射法



导热系数/热扩散系数

多少热量被传递？传递速度多快？

一直以来，研究人员和工程师都在寻找一种最佳的测试方法，这种方法可精确测定高导热材料在中低温下，陶瓷和耐火材料在高温下的热物性。解决这些问题的关键其实只需要精确地得到两个参数：热扩散系数和导热系数，而这两个参数都可使用激光闪射法仪器测得。激光闪射法操作简便，测试结果精确可靠。此类方法可满足研究热传导过程中遇到的典型问题，例如：

- 铝锭凝固有多快？
- 催化转化器中的陶瓷部件传热有多快？
- 陶瓷刹车片在使用过程中的温度分布是怎样的？
- 对于处理器，如何选择合适的热交换材料？

多年来，耐驰公司一直是激光闪射导热测量技术的引领者，已成功地将此技术的应用温度范围扩展至-125°C...2800°C。我们从不停止技术创新和应用拓展。LFA 467 Hyperflash®继承了耐驰的卓越传统，再一次成为业界标杆之作。



激光闪射法

测定热物性的最佳方法

使用激光脉冲加热样品下表面，并通过红外检测器测量样品上表面温度变化，就能得出热扩散系数。结合样品的密度值和比热（可由激光法测定，亦可由DSC测定），可得到材料的导热系数：

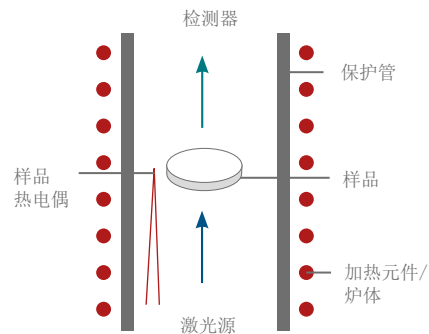
$$\lambda(T) = a(T) \cdot c_p(T) \cdot \rho(T)$$

其中：

λ = 热导率 [W/(m·K)]
 a = 热扩散系数 [mm²/s]
 c_p = 比热 [J/(g·K)]
 ρ = 密度 [g/cm³]

激光闪射法是一种快速的非破坏性、非接触式的测量技术，可同时有效测定以上提到的热物性参数，包括比热。这些数据可被用于：

- 可得到全套热物理参数，例如热扩散系数（ a ），热容（ c_p ），和导热系数（ λ ）；这些都是进行热模拟计算时必须的数据。
- 根据所需热性能调整某一个参数，从而达到材料改性的目的。



激光闪射法

LFA 467 HyperFlash®

自由选择测试气氛

仪器可配备三路转子流量计或质量流量控制器（MFC）控制，用以控制测试气氛。用户可根据自身需求自由设置两路吹扫气和保护气。所有气路均可提供氧化性，惰性，动态吹扫或静态气氛。对于氧敏感样品来说，可保证纯净的测试氛围。如配备真空泵，还可使样品处于真空或低压气氛下进行测试。



优化结构设置 与闪射光源

LFA 467 HyperFlash®仪器整体设计为垂直式结构。其中，激光源位于仪器底部，样品置于中间部位，检测器在顶部。脉冲能量可通过软件自动调节，亦可通过选配的滤光片转盘进一步优化；脉冲宽度可在20 μ s至1200 μ s范围内调节。

16位自动进样器 极高的测量效率

LFA 467 HyperFlash®可配备高达16位的自动进样器。其中可放置4个支架，每个支架内最多可容纳4个样品；样品的形状可自由选择圆形或方形。仪器配备大容量的液氮杜瓦瓶，保证检测器长时间正常工作。

宽广的温度范围

无需更换炉体和检测器，LFA 467 HyperFlash®的检测温度即可覆盖-100°C（低于橡胶材料的玻璃化转变温度）至高温500°C。用户可根据需求配备不同冷却设备，大大减少测量时间。该仪器加热速率最高可达50K/min，且保证控温的高稳定性。

灵活配备冷却系统

该仪器可配备液氮制冷系统，测试温度最低至-100°C。如配备真空系统，使得样品处于低压气氛中，可进一步减少热损耗的影响，得到更加精确的结果。此外，也可选配压缩空气装置。所有冷却设备使用时均可同时吹扫惰性气氛。

设计独特

性能优异



LFA 467 HT HyperFlash®



配备氙灯光源的高温测试系统

LFA 467 HT HyperFlash®的诞生基于LFA 467 HyperFlash®的成熟技术，拥有创新的光源系统。长寿命的氙灯可在1250°C范围内提供高性价比的测试，没有任何昂贵的耗材。

宽广的温度范围

LFA 467 HT HyperFlash®是市面上第一台配置氙灯光源、且最高温度可达到1250°C的激光导热仪。结合集成的自动进样器，可以覆盖整个温度范围，同时保持LFA 467

HyperFlash®系列一贯的测量准确性。外部的循环水浴可有效保护炉体周围的部件，即使炉体在高温下，其周围的部件仍处于安全的温度范围，进而提高测量可靠性，并降低检测器的液氮消耗量。



UP TO 1250°C

真空密闭炉体 确保气氛纯净，防止氧化

仪器可配备真空泵，支持每一次测试开始前自动抽真空，以确保气氛纯净。仪器也可连接外部真空泵。真空密闭的铂炉支持最大50K/min升温速率。

内微型管式炉体 更高的测量效率

高速加热炉体使得LFA的测试效率非常高。仪器配备四个样品位，每一个下方都配备有单独的热电偶，使得控温稳定时间大大缩短。您可以在一个小时以内完成全温度范围内十个温度步阶测量。仪器配备有自动进样系统，可适用于Ø12.7 mm的圆形样品支架和Ø10 mm的圆形或方形样品支架。

高数据采集速率 - 用于薄膜与高导热材料的解决方案

LFA 467 HyperFlash®系列的数据采集速率提高到了2MHz（包括IR检测器和pulse mapping通道）。因此，仪器可以可靠地测试传热时间极短的一些样品，如高导热材料、薄膜材料等。

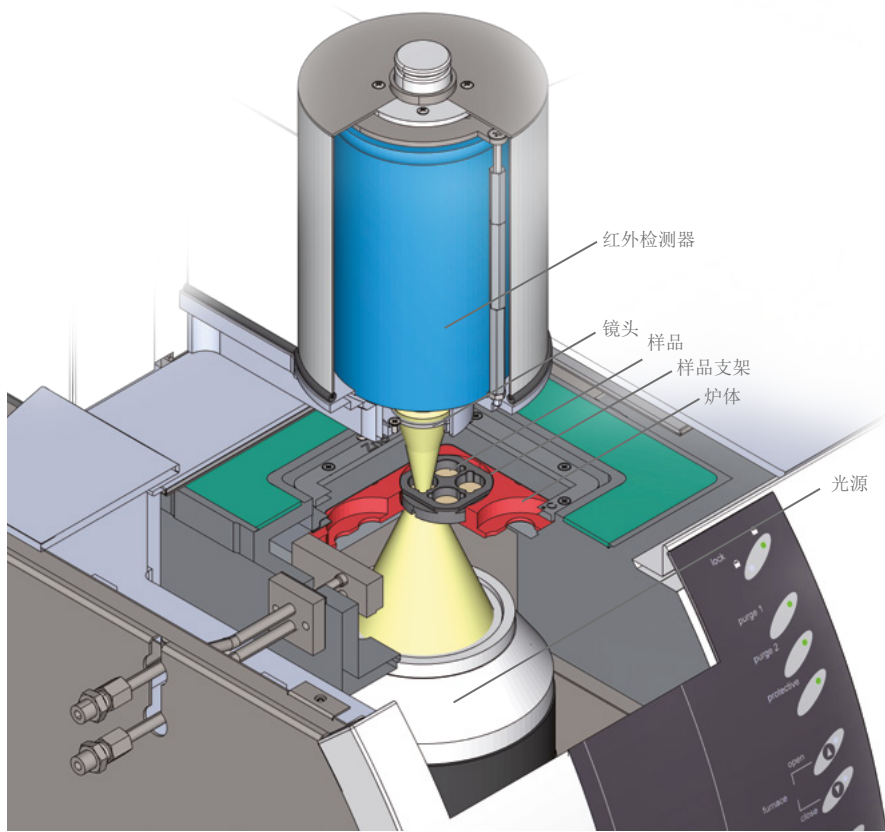
在测试金属（0.3mm）与聚合物薄膜（30μm）时，可以选择最优的采样速率与脉冲宽度。结合专利的pulse mapping系统（专利号：US7038209；DE10242741），可对脉冲宽度效应与热损耗进行有效修正。

LFA 467 HyperFlash® 系列

拓展极限



ZoomOptics - 获取精确的测量结果



精巧而简明的设计，只允许看到样品表面

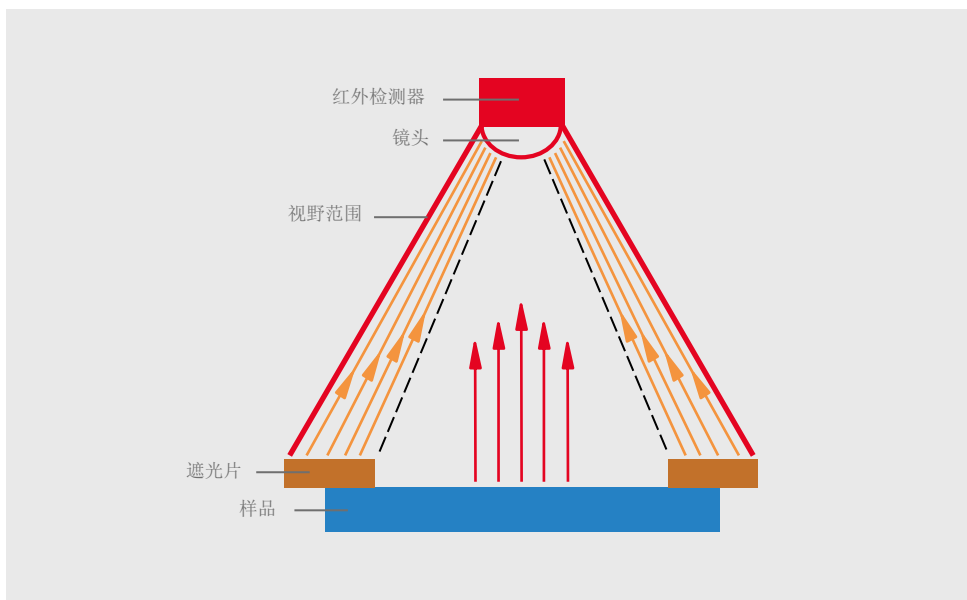
在检测器与样品之间，由软件控制、步进马达驱动的透镜优化了红外检测器的检测视野。这有助于避免样品支架系统中的一些附属物，如遮罩或限光孔等发出的红外光（杂光）所造成的信号扭曲（其典型表现为长的采样时间下后期额外的信号漂移），以及由此导致的拟合偏差，极大地提高了测试结果的精度。

对于直径较小的样品，这一特性尤其有价值。它同时保证了检测器的线性响应。

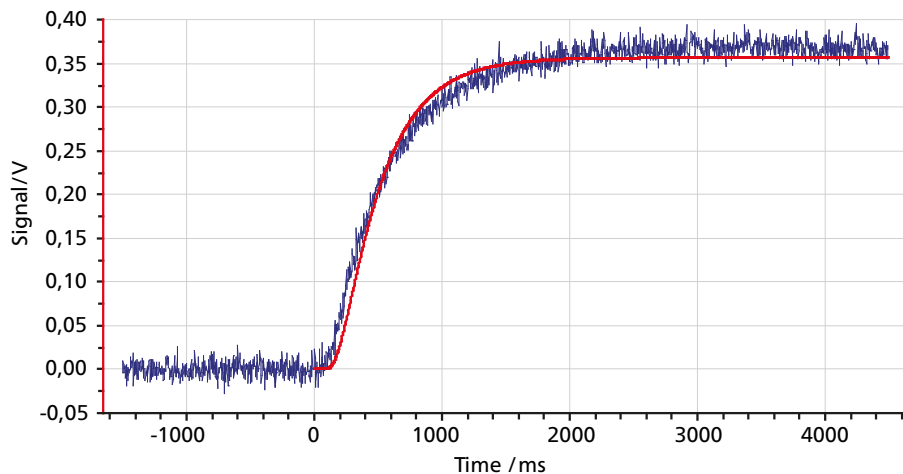
优化的检测视野 - ZoomOptics

若没有ZoomOptics， 单纯使用遮光孔， 可能造成信号扭曲

在传统的LFA系统中，红外检测器检测视野固定且需要足够宽，以适应大直径的样品。因此当测试较小直径的样品时通常使用限光孔，以减小环境杂光的影响。这一设计的不足之处在于检测器不仅感应到样品的温度变化，还感应到限光孔的温度起伏。由此，传热曲线将或者显示一个持续的上升趋势，或者类似下图，显示延长了的水平阶段。



现有LFA系统中的视野范围



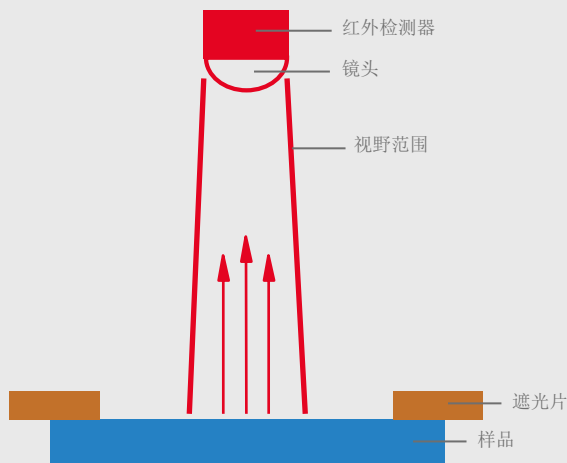
现有LFA系统，可观察到遮光片引起的曲线失真

ZoomOptics防止了任何由限光孔导致的信号扭曲

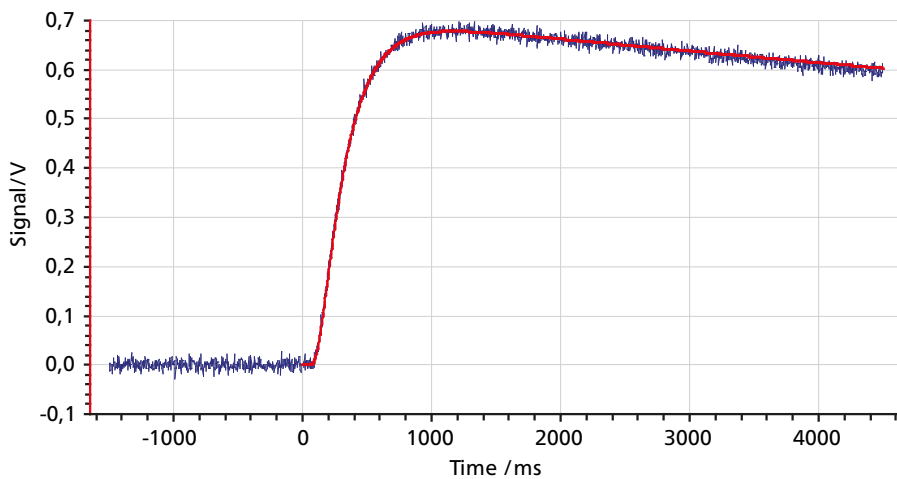
通过LFA 467 HyperFlash®的ZoomOptics附件，可以保证红外检测器仅“看到”样品表面，不采集任何来自周边环境的温度信号。因此，不管是大样品还是小样品，均可得到最优的检测视野。

与传统设计相比，在ZoomOptics中移动透镜的上下位置，以获取合适的检测视野。限光孔不再对检测产生任何影响。

从左图可以看到，在使用ZoomOptics的情况下，实测传热曲线与理论模型的拟合曲线吻合得很好，由此得到了更准确的热扩散系数值。此外，信号的信噪比也得到了改善。



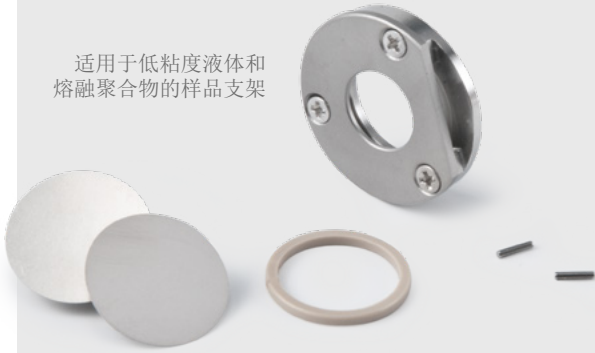
使用ZoomOptics时的检测器视野，没有任何来自遮光片的影响



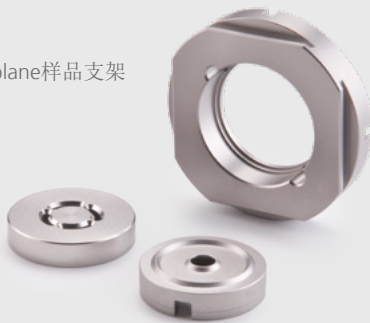
当使用ZoomOptics时，测量信号不存在任何由遮光片引起的失真

LFA 467 HyperFlash® – 特殊应用的特殊配件

适用于低粘度液体和熔融聚合物的样品支架



In-plane样品支架



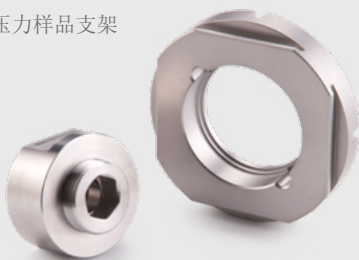
蓝宝石液体容器



层状样品支架



压力样品支架



灵活、高效

两种检测器 – 非接触式检测

现有两种用户可更换的红外检测器。常规的碲化铟（InSb）检测器适用于室温至500°C（LFA 467 HyperFlash®），或者是室温至1250°C（LFA 467 HT HyperFlash®），而选配的確碲汞（MCT）检测器的适用范围则为-100°C至500°C。这两个探测器都可配备液氮自动填充系统。

LFA 467 HyperFlash®可以方便地测试样品在多个温度点下的导热性能。同时，仪器的设计确保测试信号总是基于样品表面的红外辐射能量，即使在超低温环境下。

样品尺寸

LFA 467 HyperFlash®配备四个样品位的样品支架（包括圆形和方形），每个样品位的最大样品尺寸均为12.7mm。针对大样品尺寸的测试，可以选择合适的配件，最大的样品尺寸为25.4mm。根据样品的特性，样品的厚度可以从0.01mm至6mm。

LFA 467 HT HyperFlash®可以配备最大为12.7mm（圆形）和10mm（方形或圆形）的样品支架。



一切皆有可能

样品支架

为特殊应用专门设计的配件

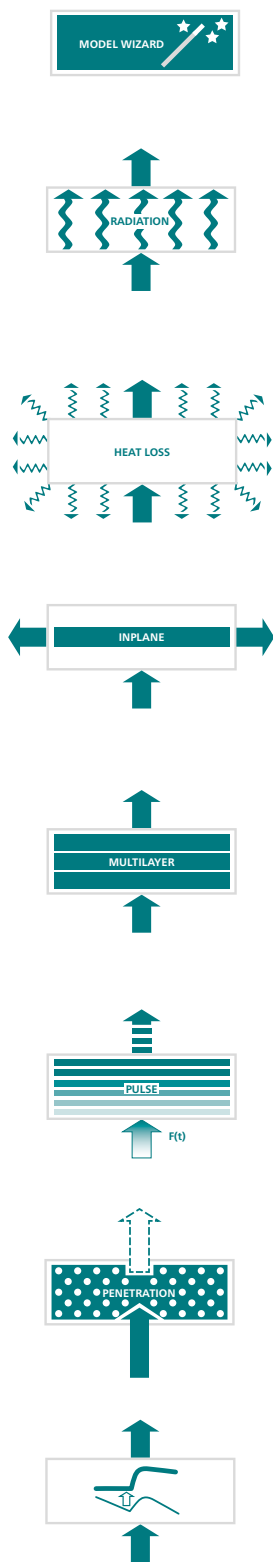
除了用于测试圆形或方形固体样品的标准样品支架，LFA 467 HyperFlash®还配备为以下特殊应用专门设计的样品支架：

- 熔融聚合物和低粘度液体
- 树脂固化过程
- 浆料和粉末样品
- 纤维
- 层状样品支架
- In-plane

液体样品容器的设计保证了在整个温度范围内，即使是冰点温度以下，液体和容器之间也具有良好的接触，同时减小通过容器壁的热传递。

此外，我们的附件还包括用于测量平面（In-plane）方向导热和压力下的导热的支架，用于测量树脂固化的特殊样品支架等。并可根据用户要求定制样品支架。

Proteus® - 智能操作，只需轻轻一点



Proteus®软件不仅可以在Windows XP®系统下运行，还能在Windows®7 32/64位专业版、企业版或旗舰版等操作系统下运行。这一软件具有极其友善的用户界面，包括易于理解的菜单操作和自动操作流程，并且适用于各种复杂的分析。Proteus®软件既可安装在仪器的控制电脑上联机工作，也可安装在其他电脑上脱机使用。

软件通用功能

多窗口界面，用于清晰地展示数据、曲线与各项参数

拖拽式操作

同一数据库最多能分析对比32组数据

载入各闪烁点时的温度程序和参数预览

模型向导：选择最佳拟合模型

支持定义任意数量的温度点、及每一温度点下的闪烁点数

比较法测定比热，包括 C_p 的图形化显示

内置数据库

多层模式中接触热阻的测定

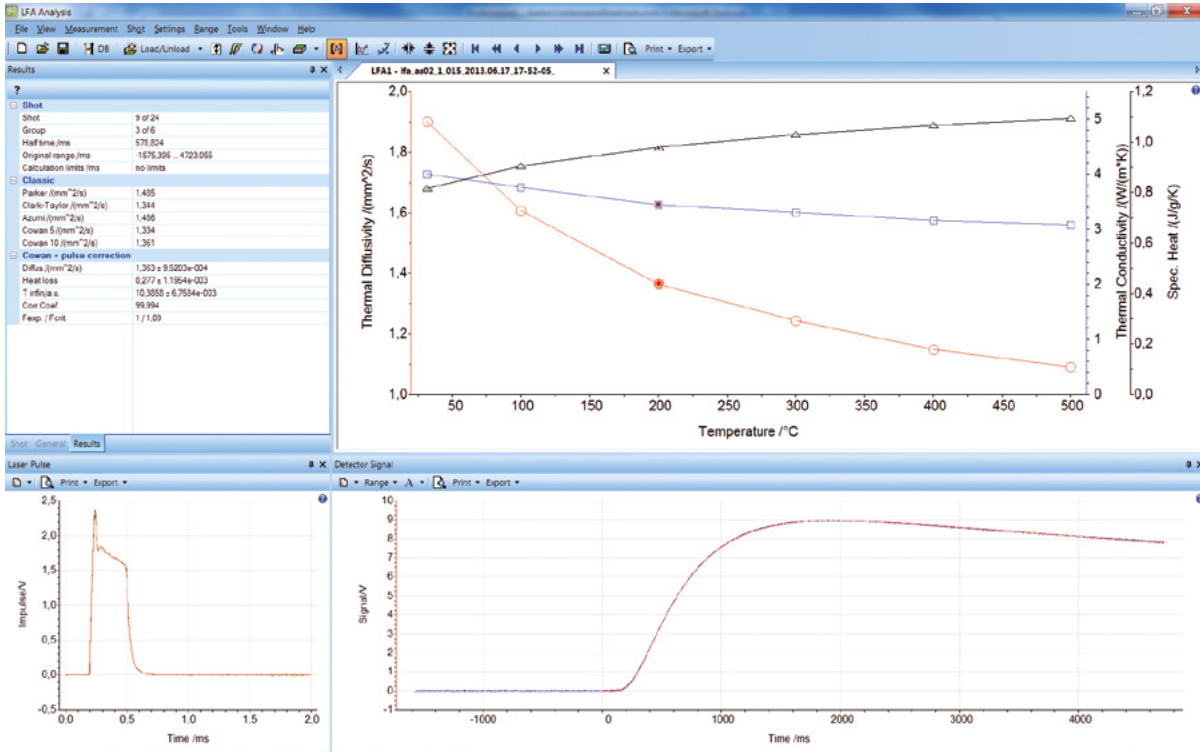
可显示3个变量的测量曲线谱图

X轴和Y轴范围的快速调节

移动鼠标至测量点时显示测量值

热扩散系数对温度或时间作图

原始数据和拟合曲线的谱图显示



软件特殊功能

标准模型包括

- 改良的Cape-Lehman模型（考虑了多维热损耗，使用非线性回归）
- 适用于透明和半透明试样的辐射模型

所有标准模型都将热损耗、脉冲修正和基线类型纳入了考虑范围，所有的影响因素都可自由选择，并且给出了相关系数R²

绝热模型

Cowan模型

双层/三层模型（非线性回归计算，并考虑热损耗）

精确的脉冲宽度修正，pulse mapping专利

（专利号：US7038209B2；US20040079886；DE1024241）

热损耗修正

基线修正

In-plane

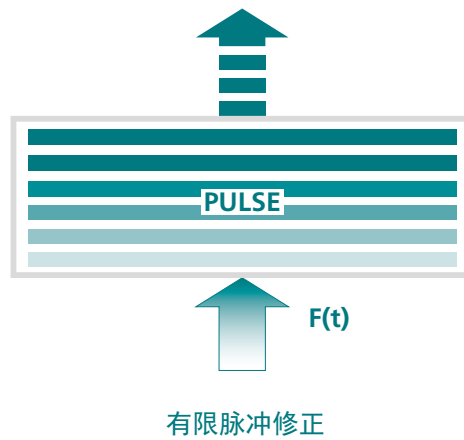
多次闪射取平均值

通过多种数学函数拟合闪射点（多项式拟合，样条曲线等等）

经典模型：Parker，Cowan 5，Cowan 10，Azumi，Clark-Taylor

计算模型，修正和数学运算

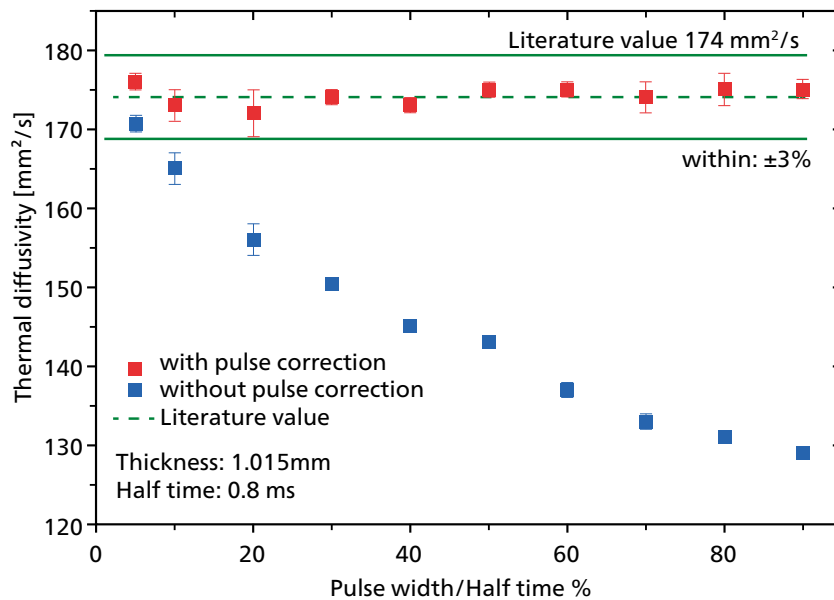
独特的脉冲修正功能 – 特别适合薄层与高导热材料



仪器拥有独一无二的pulse mapping技术（专利号：US 7038209, US 20040079886, DE 10242741），支持有限脉冲修正，可以提高热扩散系数与比热值的测量精度。LFA HyperFlash®系列的标准软件都带有这一修正功能。

pulse mapping技术会记录每一次测试的真实的脉冲能量，然后在软件不同的计算模型中，对实际的脉冲能量进行数学拟合。

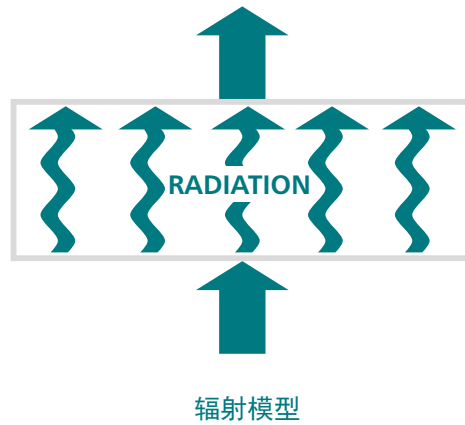
这项技术对于测试较薄的与高导热样品非常重要。



左图显示了25°C下厚度1.015mm的银片样品的对比测试结果，从中可以看出脉冲修正的影响。在应用脉冲修正之后，得到的结果在文献值的±3%范围内。

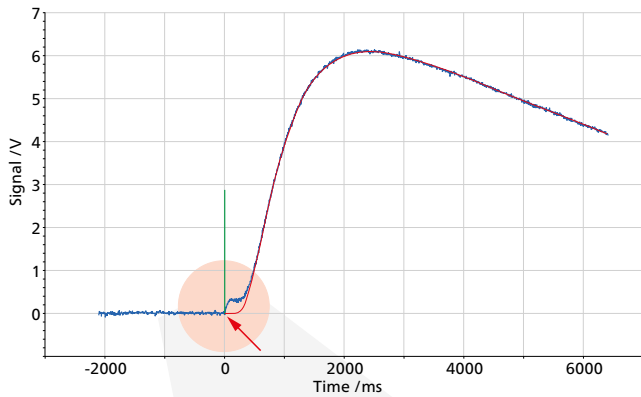
LFA 467 HyperFlash®: 银片样品的测试，比较脉冲修正对热扩散系数结果的影响

透明和半透明样品测试的完美解决方案

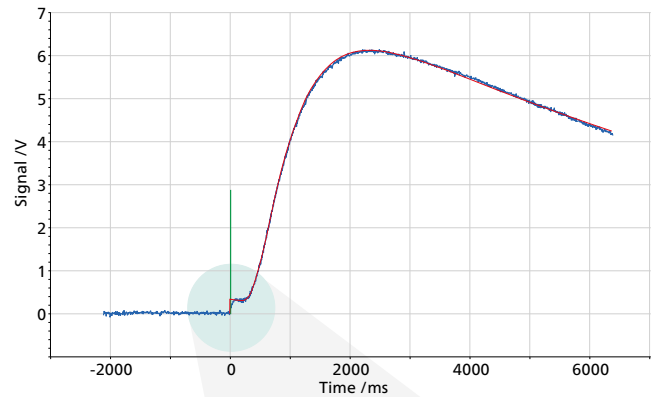
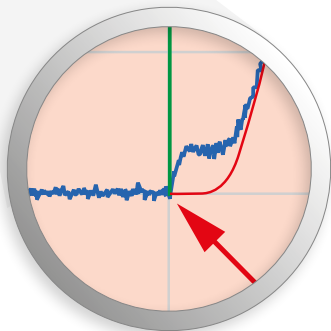


辐射修正针对非热传导效应的高级数学计算。

对于透明样品，光脉冲会立刻导致样品背面温度升高。传统的模型不能精确地描述这一初始温升。辐射模型则针对这一因素作了额外的修正，可以更好地对检测信号（图中蓝线）进行拟合（图中红线）。玻璃陶瓷的测试证明了辐射模型的有效性。使用辐射模型可以得到更好的拟合效果，所得热扩散系数值（ $0.877 \text{ mm}^2/\text{s}$ ）比较传统模型（拟合效果较差）得到的热扩散系数值（ $0.974 \text{ mm}^2/\text{s}$ ）低一些。

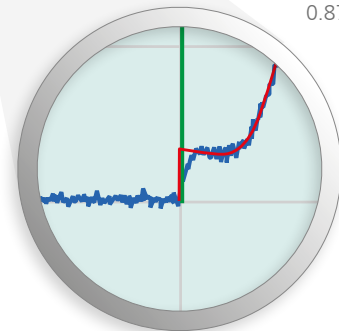


传统热损耗模型
(标准方法):
 $0.974 \text{ mm}^2/\text{s}$

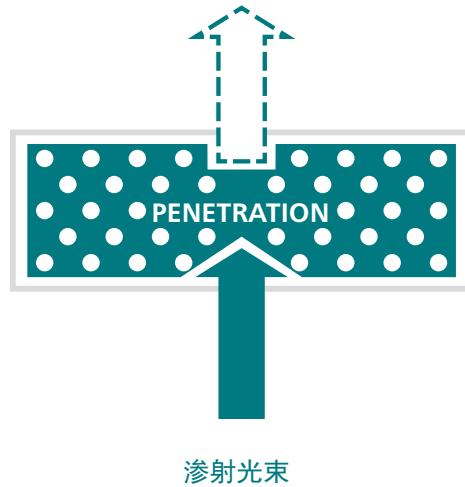


辐射模型:
 $0.877 \text{ mm}^2/\text{s}$

蓝线: 检测信号
红线: 拟合信号
绿线: 脉冲信号

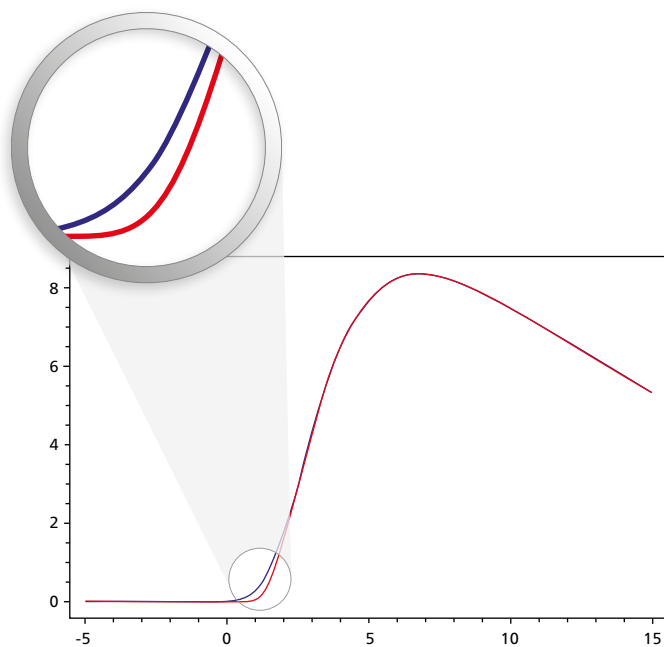


适用于粗糙多孔材料的全新模型

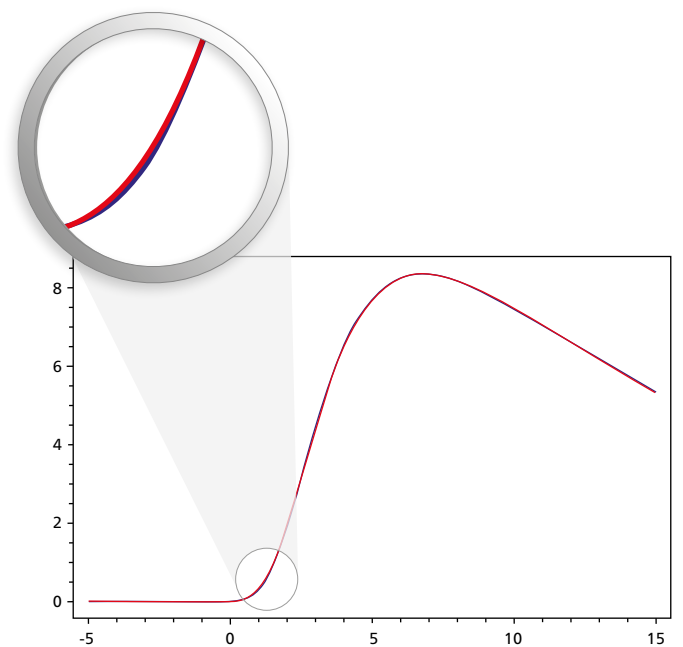


标准闪射模型 (Parker et al.) 基于这样一个假设：脉冲能量被样品的被照射面完全吸收，然后以热波的形式沿样品厚度方向传递至另一表面。

然而，对于多孔或表面粗糙的材料，脉冲能量的吸收并不局限于样品的被照射面，还延伸到沿厚度方向的一个薄层区域，这一吸收层可以被视作材料中光子的平均自由程，导致样品内的初始温度分布呈指数衰减。



标准模型：0.753 mm²/s



渗透模型：0.626 mm²/s

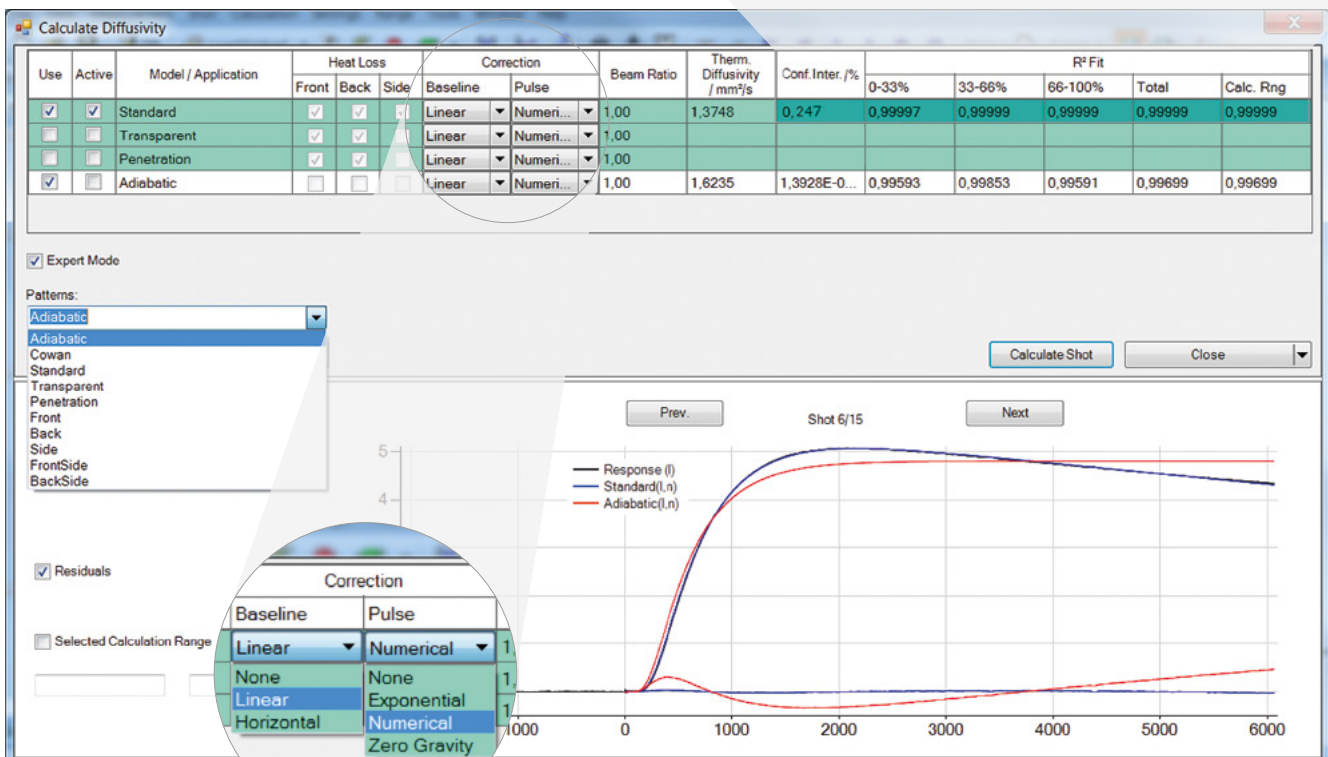
方便快捷的模型向导



完美匹配最佳结果

LFA系统的Proteus®软件拥有智能化的模型向导程序，可以采用多种修正模型且数学运算十分简便，程序还可以自动对比不同模型的计算结果并识别出最佳模型。智能化的模型向导程序不仅可以显示所选模型的结果，还可以给出该模型计算参数的偏差。

Conf. Inter. /%	R ² Fit				
	0-33%	33-66%	66-100%	Total	Calc. Rng
0,247	0,99997	0,99999	0,99999	0,99999	0,99999



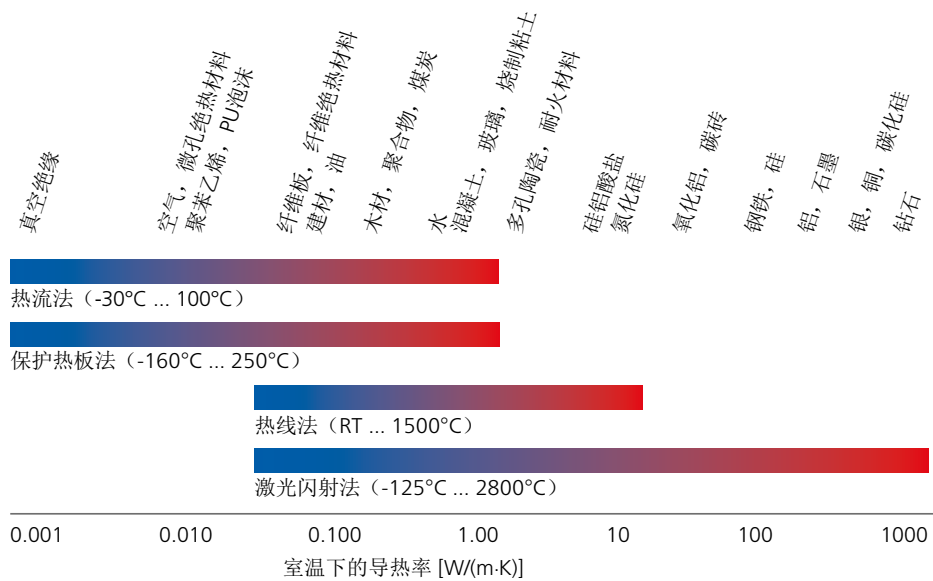
技术参数

	LFA 467 HyperFlash®	LFA 467 HT HyperFlash®
温度范围	<ul style="list-style-type: none"> -100°C ... 500°C 室温版 	RT ... 1250°C (炉体温度1500°C)
升温速率	最高 50 K/min	最高 50 K/min
恒温水浴	标配	标配
制冷系统	可选配: <ul style="list-style-type: none"> 液氮冷却 (-100°C ... 500°C) 压缩空气冷却 (0°C ... 500°C) 	无
热扩散系数	0.01 mm²/s ... 2000 mm²/s	0.01 mm²/s ... 2000 mm²/s
导热系数	0.1 W/(m·K) ... 4000 W/(m·K)	0.1 W/(m·K) ... 4000 W/(m·K)
准确度	<ul style="list-style-type: none"> 热扩散系数: ± 3% 比热: ± 5% 	<ul style="list-style-type: none"> 热扩散系数: ± 3% 比热: ± 5%
重复性	<ul style="list-style-type: none"> 热扩散系数: ± 2% 比热: ± 3% 	<ul style="list-style-type: none"> 热扩散系数: ± 2% 比热: ± 3%
闪射光源 (氙灯)	<ul style="list-style-type: none"> 脉冲能量: 最大至10 J/脉冲 (可调), 软件控制 脉冲宽度: 20...1200 μs (可调), 软件控制 	<ul style="list-style-type: none"> 脉冲能量: 最大至10 J/脉冲 (可调), 软件控制 脉冲宽度: 20...1200 μs (可调), 软件控制
ZoomOptics	优化检测视野, 无需遮光罩 (选件) 专利技术 (EP2693205, DE102012106955)	优化检测视野, 无需遮光罩 (选件) 专利技术 (EP2693205, DE102012106955)
Pulse mapping	专利技术 (US7038209, DE10242741) 用于有限脉冲修正, 以及提高Cp计算精度	专利技术 (US7038209, DE10242741) 用于有限脉冲修正, 以及提高Cp计算精度
IR检测器	<ul style="list-style-type: none"> InSb: RT ... 500°C MCT: -100°C ... 500°C 自动液氮充填设备 (选件) 	<ul style="list-style-type: none"> InSb: RT ... 1250°C 自动液氮充填设备 (选件)
气氛	惰性, 氧化性, 静态与动态	惰性, 氧化性, 静态与动态
真空度	< 150 mbar	10 ⁻⁴ mbar (使用涡轮分子泵, 选件)
数据采集	2 MHz <ul style="list-style-type: none"> 采样时长 (10倍的半升温时间) 最短可达 1ms, 有利于高导热与/或薄膜材料的测试 (如铝, 铜片, 薄膜等) 采样时长最长可达120s, 有利于低导热或较厚样品的测试 (如聚合物, 耐火材料等) 	2 MHz <ul style="list-style-type: none"> 采样时长 (10倍的半升温时间) 最短可达 1ms, 有利于高导热与/或薄膜材料的测试 (如铝, 铜片, 薄膜等) 采样时长最长可达120s, 有利于低导热或较厚样品的测试 (如聚合物, 耐火材料等)
气体控制	转子流量计或MFC (选件); 支持在减压下测量	MFC + 内部泵
样品支架	<ul style="list-style-type: none"> 圆形与方形样品 液体, 浆体, 树脂, 粉末, 纤维, 层状样品, 各向异性样品 机械压力下的测量 	圆形与方形样品
内置自动进样器	4个样品位, 每个位置最多可放4片样品: <ul style="list-style-type: none"> 4x Ø_{max.} 25.4 mm 16x Ø_{max.} 12.7 mm 16x □_{max.} 10 mm 	4个样品位, 每个位置1片样品: <ul style="list-style-type: none"> Ø12.7 mm □10 mm Ø 10 mm



应用

下表概括了许多材料的导热系数范围。从表中能看出，激光闪射法是温度范围最广、涵盖导热率范围最宽的导热系数测试方法。

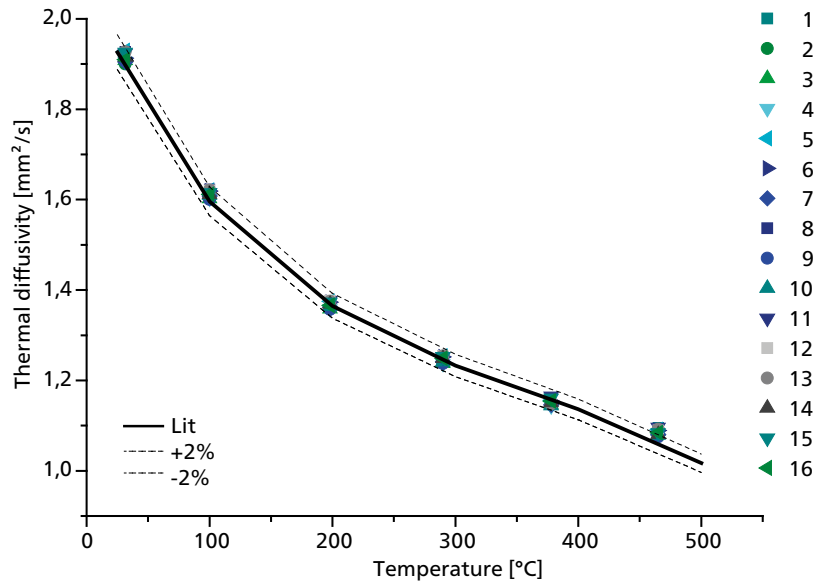


应用案例

更大的装样数，更高的测试效率

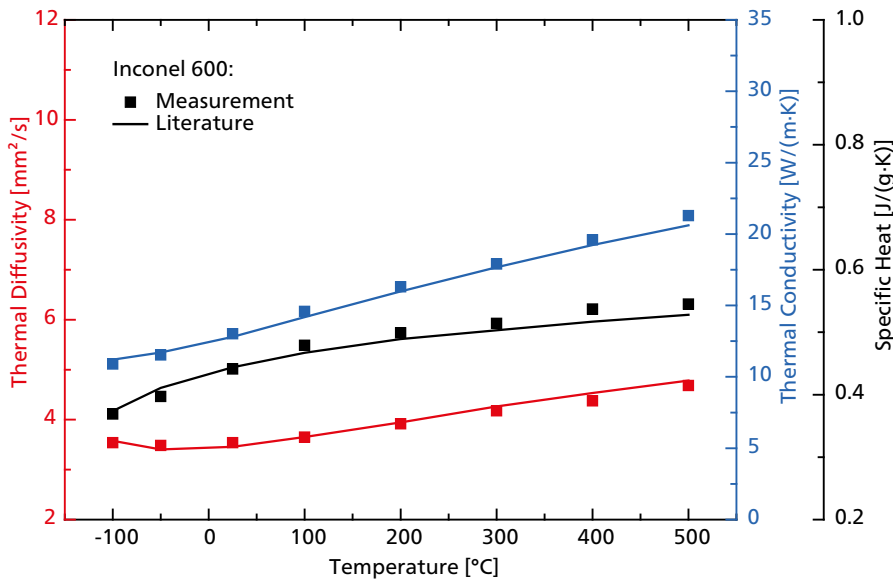
LFA 467 HyperFlash®的高样品装载量可以提高操作效率。LFA 467 HyperFlash®最多可装载16个样品，LFA 467 HT HyperFlash®最多可装载4个样品。这在保证测试质量的前提下显著节省测试时间和精力。

集成的自动进样器可以保证整个温度范围内、每个位置上的每一个样品都处于最佳位置。测量时，系统对所有样品同时进行加热或冷却，然后逐一测量。这样可以大大节省测试时间。



LFA 467 HyperFlash®: 一次装样测得16个Pyroceram样品（2.5mm厚，直径12.7mm）的测试结果，测试温度：RT到500°C，热扩散系数与文献数据对比偏差±2%。



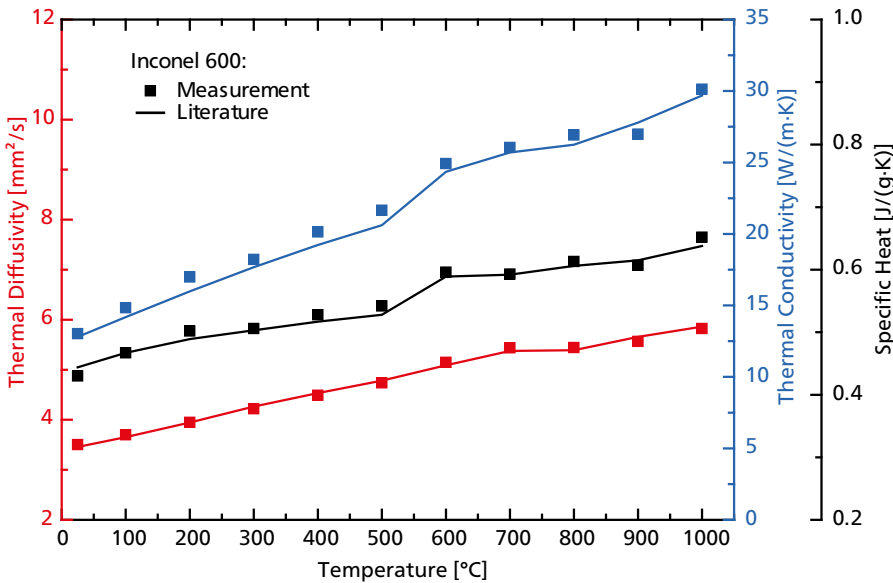


全温度范围内的高精度

图中曲线为标样Inconel 600的热扩散系数（红点）、导热系数（蓝点）和比热（黑点）测试结果，两图分别为LFA 467 HyperFlash®和LFA 467 HT HyperFlash®的测试结果。

与理论值相比，偏差均小于±3%，精度水平普遍好于±3%。

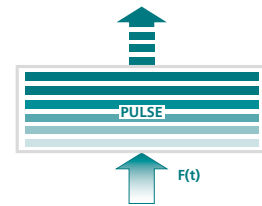
LFA 467 HyperFlash®：在一次测量中即可完成-100°C至500°C范围内的热扩散系数测试。图中样品为Inconel 600标样，实线为文献数据。



LFA 467 HT HyperFlash®：RT到1000°C范围内热扩散系数（红点）、导热系数（蓝点）和比热（黑点）测试结果。样品为Inconel 600标样，实线为文献数据。



高导热薄层材料

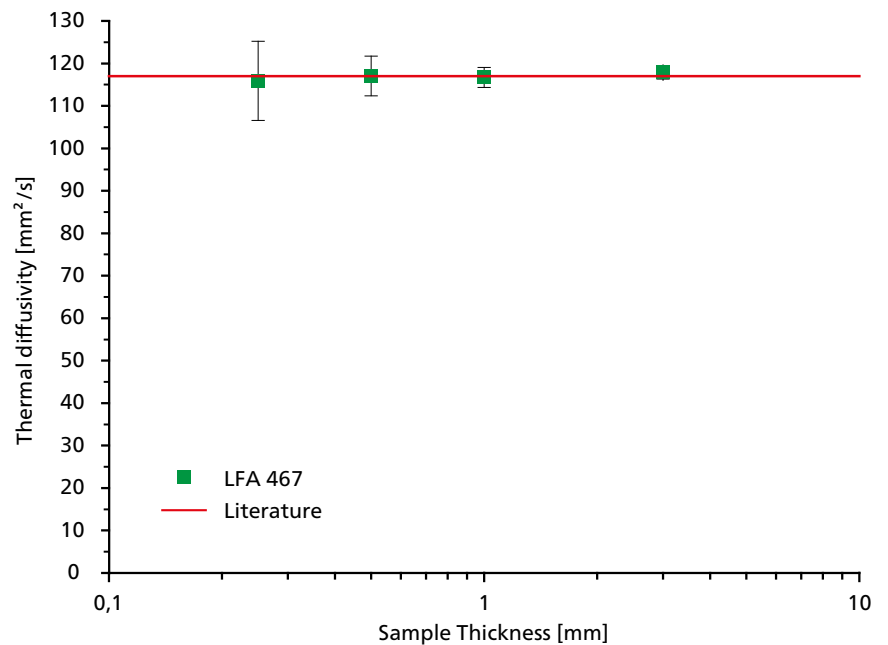


高导热铜箔

图中展示了不同厚度的铜样品的测量数据，这个实例清楚地表明，该系统可以成功地测试具有很高热扩散系数的样品，另外，将样品厚度从3.0mm减小到0.25mm进行测试对比可见，即使样品很薄仍可获得很高的测试精度。

此类测试得益于LFA 467 HyperFlash®具有高达2MHz的数据采集速率和低至20 μ s的脉冲宽度。

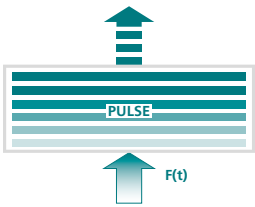
当样品厚度降低时，其厚度不确定性对误差的影响将增大。因此对于较薄的样品测试，样品的制备与厚度测量都需格外小心。



LFA 467 HyperFlash®: 不论样品的厚薄程度，测试得到的铜样品的热扩散系数与理论值都十分吻合

高数据采集速率和短脉冲长度

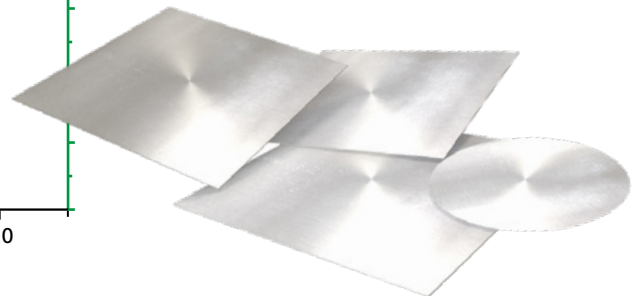
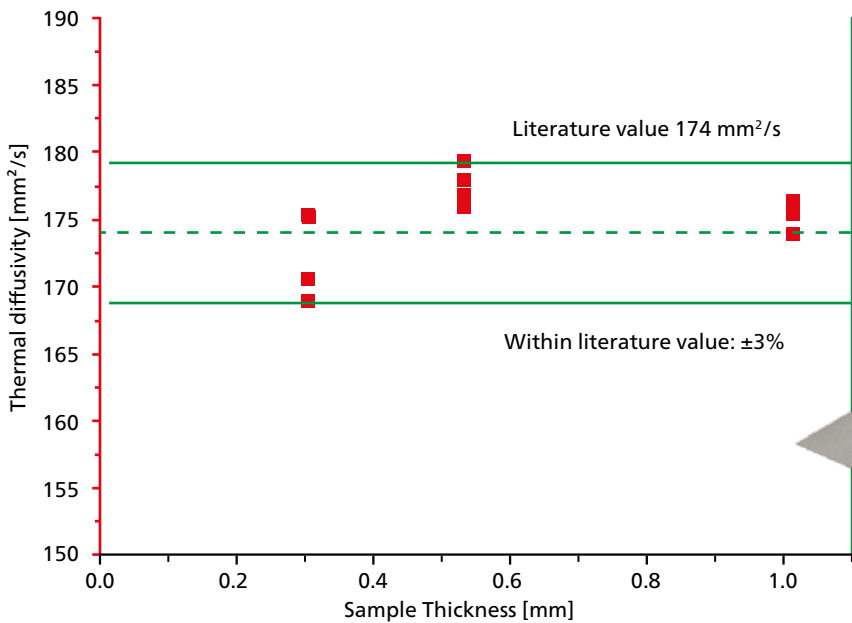
为薄膜样品测试提供可能



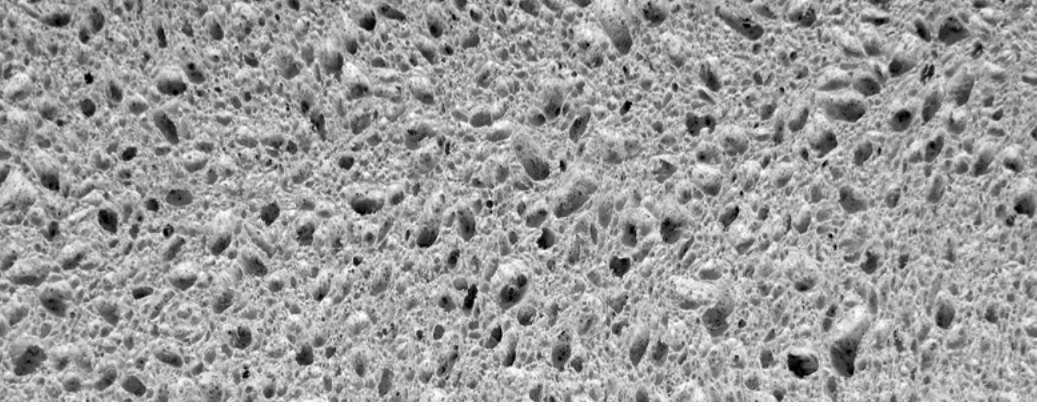
银

银具有很高的电导率，有助于降低镀线电阻，这在高频应用时特别有利。

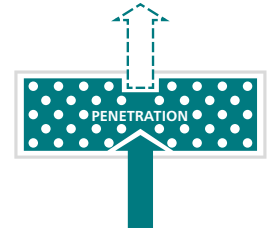
左图对不同厚度银片样品进行热扩散系数的对比测试。在300K的测试温度下，不同厚度的样品测试结果（从薄到厚）与文献值相比，偏差均在 $\pm 3\%$ 以内。



LFA 467 HyperFlash®: 不同厚度的银样品的热扩散系数测量值与文献值吻合良好



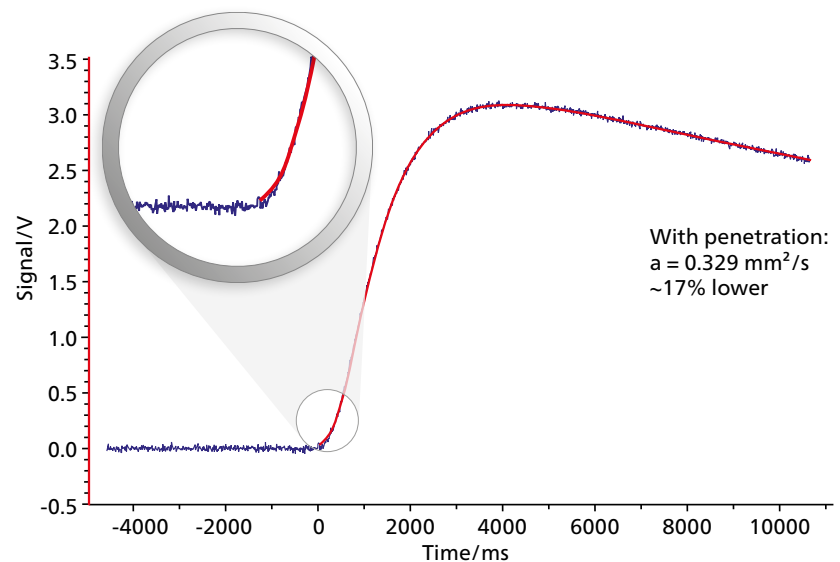
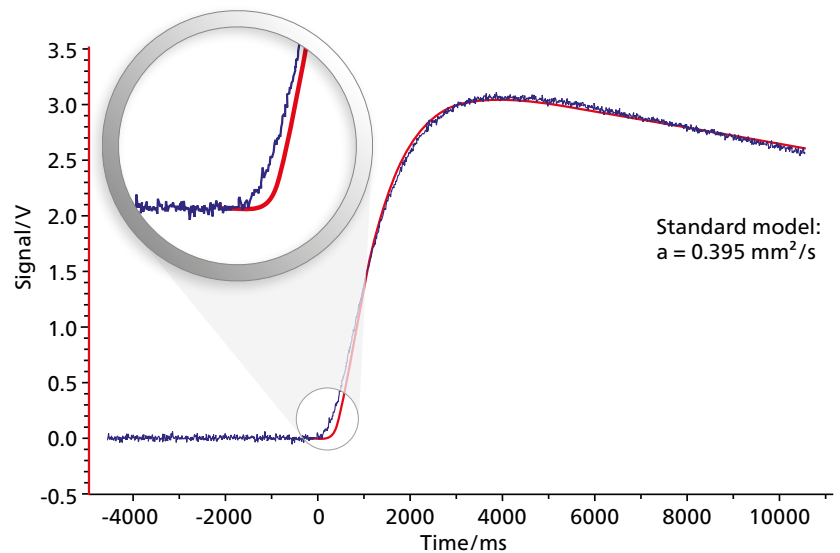
孔材料的完美匹配模型——渗射模型



在标准的激光闪射测试方法中，脉冲能量被样品的被照射面完全吸收，然后以热波的形式沿样品厚度方向传播，直至样品的另一表面。然而，对于多孔或表面粗糙的材料，脉冲能量的吸收并不局限于样品的被照射面，还延伸到沿厚度方向的一个薄层区域。渗射模型针对多孔材料的这一特点，对渗透效应和由此导致的衰减温度分布进行了修正。

填充聚合物片

右图为分别运用标准模型（上）和渗射模型（下）计算多孔填充聚合物片的热扩散系数的结果对比图。可见，通过渗射模型计算得到的热扩散系数值比标准模型的结果降低了约17%。这一结果的正确性可以通过测试同种无孔材料的热扩散系数进行验证。



超高温下卓越的稳定性

时间测试短、效率高

高效率的测试是传统高温LFA系统能够被广泛应用的必要条件，这可以通过使用自动进样器、快速炉或二者的结合来实现。

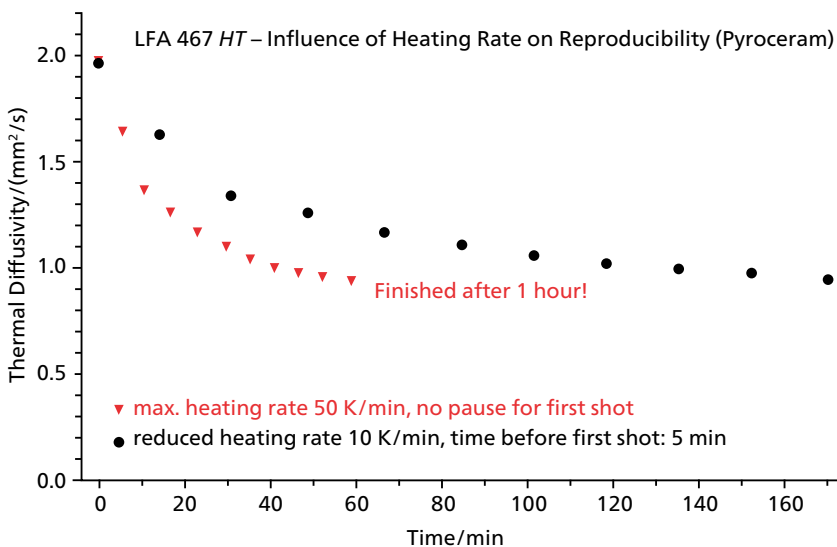
LFA 467 HT HyperFlash®提供了这样的组合设计：四个独立的微型管式样品室（可同时装载4个样品），响应快速，而且具有低热质量和优良的稳定性能。

这一设计确保所有样品的温度分布情况一致，提高了比热容（Cp）测试结果的准确性。这些综合特性不仅保证了较高的测试效率，而且是实现短测试时间的先决条件。

右图对比了传统LFA系统（黑色曲线）和LFA 467 HT HyperFlash®（红色曲线）的测试结果。从图中可以看出，HyperFlash®的升温速率为50K/min，测试时间为60 min（红色曲线）；而传统LFA的升温速率为10 K/min，测试时间长达170 min（黑色曲线）。

LFA 467 HT HyperFlash®的高速升温炉达到稳定所需的时间极短，因此LFA闪射可以不间断地进行，从而实现了样品的快速测试。

LFA 467 HT HyperFlash®在升温速率为50 K/min时测试结果依然可以保持极高的重现性。



LFA测试Pyroceram，从室温到1000°C